

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 53-009279

(43)Date of publication of application : 27.01.1978

(51)Int.Cl.

B01J 17/00  
// C01G 33/00  
C01G 35/00

(21)Application number : 51-082878

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 14.07.1976

(72)Inventor : SATO TORU  
IWAMOTO HISAO**(54) ANNEALING METHOD FOR METALLIC OXIDE SINGLE CRYSTAL****(57)Abstract:**

PURPOSE: To anneal metallic oxide single crystal without causing devitrification of the surface of the single crystal and without being subjected to the influence of the powder by the heating of single crystal enfolded in the powder of other metallic oxide which does not fuse into the single crystal at a temperature at which no diffusion or no fusion of the powder into the single crystal is effected.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**BEST AVAILABLE COPY**

⑨日本国特許庁  
公開特許公報

⑩特許出願公開  
昭53—9279

⑤Int. Cl. <sup>2</sup>	識別記号	⑥日本分類	庁内整理番号	④公開	昭和53年(1978)1月27日
B 01 J 17/00 //		13(7) D 5	7158—4A		
C 01 G 33/00		15 P 0	6953—41	発明の数	1
C 01 G 35/00		99(5) A 02	6370—57	審査請求	未請求
		99(5) A 2	6370—57		

(全 3 頁)

⑭金属酸化物単結晶の焼鈍方法

⑫発明者 岩本久夫

川崎市中原区上小田中1015番地  
富士通株式会社内

⑪特 願 昭51—82878

⑬出 願 昭51(1976)7月14日

⑬出 願 人 富士通株式会社

⑫発明者 佐藤透

川崎市中原区上小田中1015番地

川崎市中原区上小田中1015番地  
富士通株式会社内

⑬代理人 弁理士 青木朗 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

金属酸化物単結晶の焼鈍方法

2. 特許請求の範囲

1) 金属酸化物単結晶を加熱処理し該単結晶の内部歪を除去する焼鈍方法において、前記単結晶を形成する金属酸化物と反応しない他の金属酸化物からなる粉末中に前記単結晶を埋め込み、前記粉末が前記単結晶に実質的に拡散或は融合しない温度で前記粉末及び単結晶を加熱せしめたことを特徴とする、金属酸化物単結晶の焼鈍方法。

2) 単結晶がニオブ酸リチウム ( $\text{LiNbO}_3$ ) であり、粉末がタンタル酸リチウム ( $\text{LiTaO}_3$ ) の粉末であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の金属酸化物単結晶の焼鈍方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は金属酸化物単結晶の内部歪を除去する焼鈍方法に関する。

一般に金属酸化物単結晶は成長中に熱的内部歪を生じ易い。特に徳利形の単結晶を成長させるテ

ロクラルスカー法においては、結晶の引上げ中に肩部を生じ、これは他の円筒形部分と比べて比放熱量が大きいため特に肩部を中心として内部歪を生じ易い。そのため結晶材料として使用する前に、金属酸化物単結晶を焼鈍しなければならない。

従来成長させた金属酸化物単結晶の焼鈍方法としては、第1図に示すように、単結晶1を直接白金板2に載せ、これを炉内で加熱して、この単結晶のキューリー点付近まで温度を上げていた。しかしこの方法によつては、単結晶の部分間に温度差を生じ易いため、完全に内部歪を除去することができず、焼鈍中または加工中に僅かの衝撃によつてさえ単結晶が割れることがしばしばあつた。

そのため結晶材料として使用することができず、単結晶の歩留りは40～50%程度にすぎなかつた。

この発明の目的は上記の欠点を解消することである。すなわちこの発明の目的は金属酸化物単結晶を加熱処理し、該単結晶の内部歪を除去する焼鈍方法において、前記単結晶を形成する金属酸化物と融合しない他の金属酸化物からなる粉末中に

前記単結晶を埋め込み、前記粉末が前記単結晶に実質的に拡散或は融合しない温度で前記粉末及び単結晶を加熱せしめたことを特徴とする、金属酸化物単結晶の焼鈍方法を提供することである。つまり、金属酸化物単結晶例えば $\text{LiNbO}_3$ の焼鈍の際融点がこれより高く、結晶構造が極めて類似し、結晶が安定な金属酸化物粉末例えば $\text{LiTaO}_3$ の粉末を使用することにより焼鈍された単結晶表面が鏡面となり、拡散、融合も生じないことが確められた。

この発明の方法による金属酸化物単結晶の焼鈍方法としては、第2図に示すように、単結晶1をアルミナ容器に入れ、この単結晶を結晶構造が類似し、単結晶1より融点の高い他の金属酸化物からなる粉末中に埋め込み、これによつて単結晶を間接的に加熱または冷却し、これを均質的に昇温しかつ徐冷することができる。そのために焼鈍時およびその後の加工時において、単結晶が欠損することを顕著に防止することができるようになり、単結晶の歩留りは、従来の直接加熱・冷却方

法による場合の歩留りの約30%から70~80%程度に向上した。

たとえばチヨクラルスキー法によつて成長させたニオブ酸リチウム単結晶を焼鈍するとき、アルミナ容器4にタンタル酸リチウム粉末3を入れ、このなかにニオブ酸リチウム単結晶1を埋め込んだ後、恒温炉に入れて加熱する。このニオブ酸リチウムの融点は1253℃であつて、焼鈍温度は1150~1200℃とする。このニオブ酸リチウムの焼鈍温度は、キューリー点を基に実験的に決めたものである。なおタンタル酸リチウムの融点は1650℃である。これら、 $\text{LiNbO}_3$ 及び $\text{LiTaO}_3$ は結晶構造が同じであり、タンタル酸リチウムはニオブ酸リチウムと反応せず、また、焼鈍温度においてこれに実質的に拡散も融合もしないし、またそれ自身で融合することもないことが、上記方法により $\text{LiNbO}_3$ を焼鈍した際、単結晶表面に欠損を生じなかつたと言うことより確認された。

ここではチヨクラルスキー法によつて成長させたニオブ酸リチウム単結晶をタンタル酸リチウム

粉末に埋め込んで焼鈍する場合について説明したが、単結晶が二酸化テルルであつて粉末がニオブ酸リチウムである場合は二酸化テルルの融点が733℃であつて、ニオブ酸リチウムの融点が1253℃であり、焼鈍温度を650~700℃とし、また単結晶がモリブデン酸鉛であつて粉末がタンタル酸リチウムである場合はモリブデン酸鉛の融点が1065℃であつて、タンタル酸リチウムの融点が1650℃であり、焼鈍温度を950~1000℃として、この発明の埋込み焼鈍方法を応用することができ、焼鈍した際も結晶表面は欠損せず粉末による影響なしに焼鈍することができる。

もちろんこれらの単結晶がチヨクラルスキー法以外の方法によつて成長させた単結晶であつてもこの発明によつて焼鈍することができることは明らかであろう。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の焼鈍方法によつて、板に載せた単結晶の断面図であり、

第2図はこの発明の焼鈍方法によつて、容器内の粉末中に埋め込んだ単結晶の断面図である。

1…単結晶、2…板、3…粉末、4…容器。

特許出願人

富士通株式会社

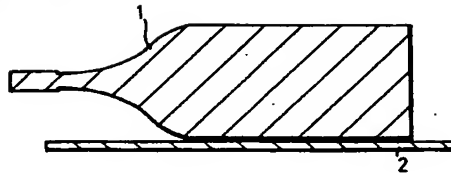
特許出願代理人

弁理士 青 木 朗

弁理士 内 田 幸 男

弁理士 山 口 昭 之

第 1 図



第 2 図

